

中华人民共和国国家标准

GB/T 41671—2022

化学纤维 溶剂残留量的测定

Man-made fibers—Determination of solvent residues content

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学纤维 溶剂残留量的测定

GB/T 41671—2022

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2022年7月第一版

*

书号: 155066 • 1-70759

版权专有 侵权必究

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 通用要求 1

5 气相色谱-质谱法(GC-MS) 2

 5.1 原理 2

 5.2 试剂与材料 2

 5.3 仪器与设备 2

 5.4 试验步骤 2

 5.5 结果计算 3

 5.6 检出限、定量限 3

 5.7 精密度 3

6 高效液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS) 4

 6.1 原理 4

 6.2 试剂与材料 4

 6.3 仪器与设备 4

 6.4 试验步骤 4

 6.5 结果计算 5

 6.6 检出限、定量限 5

 6.7 精密度 5

7 分光光度法 6

 7.1 原理 6

 7.2 试剂与材料 6

 7.3 仪器与设备 6

 7.4 试验步骤 6

 7.5 结果计算 7

 7.6 注意事项 7

8 滴定法 7

 8.1 络合滴定法 7

 8.2 酸碱滴定法 9

9 试验报告 10

附录 A (资料性) 7 种有机溶剂名称 11

附录 B (规范性) 超高分子量聚乙烯纤维中十氢萘残留量的测定——顶空气相色谱法 12

附录 C (规范性) 湿法纺丝超高分子量聚乙烯纤维中溶剂残留量的测定 15

附录 D (资料性) 各品种纤维与溶剂及测试方法的对应关系 17

附录 E (资料性) GC-MS 检测参数条件 18

附录 F (资料性) 有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析离子色谱图 19

附录 G (资料性) GC-MS 法精密度试验统计结果 20

附录 H (资料性) LC-MS/MS 检测参数示例 21

附录 I (资料性) 有机溶剂标准物质的 LC-MS/MS 分析气相色谱图 23

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国化学纤维标准化技术委员会(SAC/TC 586)归口。

本文件起草单位：上海市纺织工业技术监督所、上海纺织集团检测标准有限公司、南通市纤维检验所、中国石化仪征化纤有限责任公司、安徽省产品质量监督检验研究院、华峰化学股份有限公司、华峰重庆氨纶有限公司、中国化学纤维工业协会、江苏六甲科技有限公司、中国石化上海石油化工股份有限公司、保定天鹅新型纤维制造有限公司、江苏奥神新材料股份有限公司、神马实业股份有限公司、新凤鸣集团股份有限公司、烟台泰和新材料股份有限公司、中国石化集团重庆川维化工有限公司、安徽皖维高新材料股份有限公司、浙江桐昆新材料研究院有限公司、杭州邦联氨纶股份有限公司、浙江千禧龙纤特种纤维股份有限公司、连云港市纤维检验中心、上海化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：李红杰、徐逸群、张铃娟、陈建梅、丁振华、刘玲玲、赵晓阳、刘珊珊、李德利、王新鹏、白艳华、闫丽娜、王士华、何昕雨、余锡攀、朱晓娜、胡筠、吴霖、甘胜华、程灵平、陈宏、邱星翔、许海霞、郭淑洁、张华。

化学纤维 溶剂残留量的测定

1 范围

本文件描述了化学纤维中 7 种有机溶剂(见附录 A)、2 种无机溶剂(硫氰酸钠、浓硫酸)残留量的测试方法。

本文件适用于部分溶液纺丝化学纤维,包括氨纶、腈纶、聚酰亚胺纤维、间位芳纶、聚乙烯醇纤维、超高分子量聚乙烯纤维、莱赛尔纤维、聚丙烯腈基碳纤维原丝、对位芳纶。其他溶液纺丝的化学纤维可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计检定规程

3 术语和定义

GB/T 4146(所有部分)界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

溶液纺丝 solution spinning

将可成纤聚合物溶解成一定浓度的浓溶液进行纺丝的方法。

注:根据凝固方式的不同,分为干法纺丝和湿法纺丝两种。

3.2

溶剂残留量 solvent residues content

单位质量纤维中残留的纺丝生产过程中使用的,但未能完全去除的有机、无机化合物溶剂的质量。

4 通用要求

气相色谱-质谱法(GC-MS)适用于 N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N-甲基吡咯烷酮(NMP)、二甲基亚砜(DMSO)、十氢萘、四氢萘残留量的测定。十氢萘残留量的测定也可采用顶空气相色谱法。顶空气相色谱法按附录 B 的规定执行。

高效液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)适用于有机溶剂 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)及其分解产物 N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)残留量的测定。

分光光度法适用于二甲基甲酰胺(DMF)、二甲基乙酰胺(DMAC)、二甲基亚砜(DMSO)残留量的测定。N-甲基吡咯烷酮(NMP)残留量的测定可参照使用。

N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N-甲基吡咯烷酮(NMP)、二甲基亚砜

(DMSO)、十氢萘、四氢萘的测定,仲裁时采用气相色谱-质谱法(GC-MS)。

滴定法中络合滴定法适用于硫氰酸钠残留量的测定,酸碱滴定法适用于浓硫酸残留量的测定。附录 C 描述了湿法纺丝超高分子量聚乙烯纤维中溶剂残留量的测试方法。

各品种纤维与溶剂及测试方法的对应关系见附录 D。

5 气相色谱-质谱法(GC-MS)

5.1 原理

将纤维进行甲醇超声萃取处理,萃取液经过滤后,采用气相色谱质谱联用仪进行检测,根据质谱选择离子进行定性分析,外标法定量。

5.2 试剂与材料

5.2.1 标准物质:N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N-甲基吡咯烷酮(NMP)、二甲基亚砷(DMSO)、顺式十氢萘、反式十氢萘、四氢萘,纯度 $\geq 97.0\%$ 。

5.2.2 甲醇,色谱纯。

5.2.3 乙酸乙酯,色谱纯。

5.3 仪器与设备

5.3.1 气相色谱质谱联用仪(GC-MS),配有质量选择检测器。

5.3.2 超声波清洗仪,功率 400 W,频率 40 kHz。

5.3.3 有机相针式过滤器:聚四氟乙烯材质,微孔滤膜孔径 0.45 μm 。

5.3.4 螺纹口样品瓶:2 mL,可用于高效液相色谱串联质谱仪自动进样,配套聚四氟乙烯内垫。

5.3.5 移液器:1 mL、5 mL、10 mL。

5.3.6 容量瓶:100 mL。

5.3.7 电子天平:分度值 0.1 mg。

5.3.8 提取瓶:50 mL,由硬质玻璃制成,带密封旋盖。

5.4 试验步骤

5.4.1 标准溶液的配制

5.4.1.1 标准储备溶液的制备

除十氢萘、四氢萘以乙酸乙酯为溶剂之外,其他均以甲醇为溶剂,分别配制成质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。可将多种标准物质配制成混合储备溶液。

5.4.1.2 标准工作溶液的制备

从标准储备溶液中移取 10.0 mL 标准溶液于 100 mL 的容量瓶中,用与 5.4.1.1 相对应溶剂稀释至刻度,摇匀,配制成质量浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

5.4.2 绘制标准工作曲线

将标准工作溶液(5.4.1.2)配制成 0.3 $\mu\text{g/mL}$ ~10 $\mu\text{g/mL}$ 范围内至少 5 个浓度点的系列标准溶液以及标准空白溶液,在参考条件(见附录 E)下,用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)分析测定系列标准溶液中有机溶剂的色谱峰面积。以色谱峰面积为纵坐标,已知被测物浓度为横坐标,绘制工作曲线。线性相关性应不小于 0.99,否则应重新配制标准溶液。

十氢萘的测定,分别以顺式十氢萘、反式十氢萘组分峰面积为纵坐标,已知被测物顺式十氢萘、反式十氢萘质量浓度为横坐标,绘制工作曲线。

在测试线性范围内,可配制其他质量浓度范围的标准溶液。

5.4.3 试样溶液制备

将试样剪成长度不超过 1 cm 的纤维段。称取约 0.5 g 纤维试样,精确至 0.1 mg,置于提取瓶中,准确加入 20.0 mL 甲醇,旋紧盖子,于超声波清洗仪中在 70 ℃的条件下萃取 60 min,冷却至室温,上清液用 0.45 μm 有机相微孔膜过滤,供气相色谱质谱分析用。同时进行空白试验。

5.4.4 残留溶剂的定性定量分析

用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)在参考条件(见附录 E)下,测试试样溶液。通过比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间以及特征离子的相对丰度进行定性分析,如果试样溶液和标准工作溶液的特征离子色谱峰在相同保留时间出现,且其相对丰度与标准溶液相比符合表 1 规定的相对偏差,则判断试样溶液中存在对应的待测物,然后通过比较试样溶液与标样溶液在定量离子(见表 E.1)通道下的色谱峰面积进行定量分析。如果试样溶液中目标物的质量浓度超出标准工作曲线最高点质量浓度值,则应对试样溶液进行适当稀释后再测定。

采用附录 E 分析条件时,有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析总离子流色谱图见附录 F。

表 1 定性确证时特征离子相对丰度的最大允许偏差

特征离子相对丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

5.5 结果计算

溶剂残留量按公式(1)计算:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_{oi}) \times V}{m} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——每种溶剂的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_i ——根据标准曲线得到的试样溶液中有机溶剂的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_{oi} ——根据标准曲线得到的空白溶液中有机溶剂的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液(5.4.3)体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

n ——试样溶液的稀释倍数,未稀释时 $n=1$ 。

取两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果,数值修约至三位有效数字。

本方法测定结果以各种有机溶剂的检测结果(mg/kg)分别表示。十氢萘溶剂残留的测定结果以顺式十氢萘、反式十氢萘的含量之和表示。

5.6 检出限、定量限

在上述的试样量和定容体积下,方法检出限为 5.00 mg/kg、定量限为 15.0 mg/kg。

5.7 精密度

见附录 G。

6 高效液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)

6.1 原理

将纤维进行水超声萃取处理,萃取液经过滤后,采用高效液相色谱串联质谱仪进行检测,根据质谱多反应监测方式(MRM)进行选择离子确证,外标法定量。

6.2 试剂与材料

6.2.1 标准物质:N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR),纯度 $\geq 95.0\%$ 。

6.2.2 乙腈,色谱纯。

6.2.3 甲酸,色谱纯。

6.2.4 水,GB/T 6682,二级。

6.3 仪器与设备

6.3.1 超声波清洗仪,功率 400 W,频率 40 kHz。

6.3.2 高效液相色谱串联质谱仪(LC-MS/MS),配有电喷雾离子源(ESI)。

6.3.3 针式过滤器:亲水滤膜 0.22 μm ,聚四氟乙烯材质。

6.3.4 螺纹口样品瓶:2 mL,可用于高效液相色谱串联质谱仪自动进样,配套聚四氟乙烯内垫。

6.3.5 移液器:1 mL、10 mL。

6.3.6 容量瓶:10 mL、100 mL。

6.3.7 电子天平:分度值 0.1 mg。

6.3.8 提取瓶:50 mL,由硬质玻璃制成,带旋盖密封。

6.4 试验步骤

6.4.1 标准溶液的配制

6.4.1.1 标准储备溶液的制备

以水为溶剂,分别以 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)为溶质,配制质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。可将多种标准物质配制成混合储备溶液。

6.4.1.2 标准工作溶液的制备

从标准储备溶液中准确移取 0.2 mL 标准溶液于 10 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,配制成质量浓度为 2 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

6.4.2 绘制标准工作曲线

将标准工作溶液(6.4.1.2)配制成 0.025 $\mu\text{g/mL}$ ~0.2 $\mu\text{g/mL}$ 范围内至少 5 个质量浓度点的系列标准溶液以及标准空白溶液,在参考条件(见附录 H)下,用高效液相色谱串联质谱仪(LC-MS/MS)分析测定系列标准溶液中 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)的色谱峰面积。以色谱峰面积为纵坐标,已知被测物质量浓度为横坐标,绘制工作曲线。线性相关性应不小于 0.99,否则应重新配制标准溶液。

注 1: 在测试线性范围内,可以配制其他质量浓度范围的标准溶液。

注 2: 绘制标准工作曲线时,标准溶液质量浓度不超过 0.2 μg/mL。

6.4.3 试样溶液制备

取代表性试样,剪成长度约 5 mm 的短纤维,混匀。称取 0.5 g 剪碎的试样,精确至 0.1 mg,置于 50 mL 提取瓶中,准确加入 20.0 mL 的水,常温超声萃取 60 min。用 0.22 μm 亲水滤膜过滤后,供高效液相色谱-串联质谱分析用。同时进行空白试验。

6.4.4 残留溶剂的定性定量分析

在参考条件(见附录 H)下,用高效液相色谱串联质谱仪(LC-MS/MS)测试试样溶液。通过比较试样溶液与标准工作溶液色谱峰的保留时间以及定性离子和定量离子对(见附录 I)的相对丰度进行定性分析,如果试样溶液和标准工作溶液的定性离子和定量离子色谱峰在相同保留时间出现,且其相对丰度与标准溶液相比符合表 1 规定的相对偏差,则判断试样溶液中存在对应的待测物,然后通过比较试样溶液与标样溶液在定量离子通道下的色谱峰面积进行定量分析,根据 6.4.2 标准曲线外标法定量。如果试样溶液中目标物的浓度超出标准工作曲线最高点浓度值,则应对试样溶液进行适当稀释后再测定。

采用附录 H 分析条件时,N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)标准物质的 LC-MS/MS 分析色谱图见附录 I。

6.5 结果计算

N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)残留量按公式(2)计算,溶剂 NMMO 及其分解产物的残留量按公式(3)计算。N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)溶剂残留量测定结果以 NMMO 及其分解产物 N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)的检测结果(mg/kg)之和表示。

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_{0i}) \times V}{m} \times n \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$X = \sum X_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_i ——N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)每种物质残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_i ——根据标准曲线得到的试样溶液中 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)每种物质的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_{0i} ——根据标准曲线得到的空白溶液中 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)、N-甲基吗啉(NMM)、N-亚硝基吗啉(NNM)、吗啉(MOR)每种物质的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液(6.4.3)体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

n ——试样溶液的稀释倍数,未稀释时 $n=1$;

X ——溶剂 NMMO 及其分解产物的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

取两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果,数值修约至三位有效数字。

6.6 检出限、定量限

在上述的试样量和定容体积下,方法检出限为 0.500 mg/kg,定量限为 1.50 mg/kg。

6.7 精密度

在同一个实验室,由同一个操作者使用相同设备,按照相同的方法,在短时间内对同一被测对象相

互独立进行测试,两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

7 分光光度法

7.1 原理

用水萃取纤维中的残留溶剂,测试萃取液的吸光度,计算得到溶剂残留量。

7.2 试剂与材料

7.2.1 N,N-二甲基甲酰胺(DMF),色谱纯。

7.2.2 N,N-二甲基乙酰胺(DMAC),色谱纯。

7.2.3 二甲基亚砜(DMSO),色谱纯。

7.2.4 水,GB/T 6682,三级。

7.3 仪器与设备

7.3.1 紫外/可见分光光度计:符合 JJG 178—2007 A 段 II 级要求。

7.3.2 石英比色皿:光程 10 mm。

7.3.3 脂肪抽出器:冷凝管高度(h)240 mm,抽出筒直径(d)37 mm、长度(l)80 mm,蒸馏烧瓶 150 mL。

7.3.4 加热装置:可调封闭式电炉(最大功率 1.5 kW),能调节温度,宜采用电热套,控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.5 刻度移液管:20 mL。

7.3.6 容量瓶:100 mL、1 000 mL。

7.3.7 电子天平:分度值 0.1 mg。

7.3.8 烧瓶:250 mL。

7.3.9 球形冷凝管:50 cm~100 cm。

7.3.10 棕色试剂瓶:1 000 mL。

7.3.11 密封试剂瓶:100 mL。

7.4 试验步骤

7.4.1 标准溶液的配制

7.4.1.1 标准储备溶液(10 mg/mL):分别称取(10.000 0 \pm 0.001 0)g 的 DMF、DMAC、DMSO,定量移入 1 000 mL 容量瓶中。加水至刻线,摇匀,存放在棕色试剂瓶中。

7.4.1.2 标准工作溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):量取 10.0 mL 标准储备溶液于一个 1 000 mL 容量瓶中。加蒸馏水至刻线,摇匀,存放在棕色试剂瓶中。

7.4.2 标准曲线的绘制

7.4.2.1 用移液管准确量取 5 mL、8 mL、10 mL、12 mL、15 mL 标准工作溶液,分别加入 100 mL 容量瓶中。加蒸馏水至刻线并摇匀,配制 5 mg/L、8 mg/L、10 mg/L、12 mg/L、15 mg/L 的 DMF、DMAC、DMSO 标样溶液。

7.4.2.2 用分光光度计在最大吸收波长下(DMF 在 196 nm、DMAC 在 195.5 nm、DMSO 在 208.5 nm),测定 5 个标样溶液(7.4.2.1)的吸光度,用蒸馏水作参比。

7.4.2.3 以标样溶液质量浓度(mg/L)为纵坐标,吸光度为横坐标,绘制工作曲线。

7.4.3 溶剂萃取

称取 4 g~5 g 样品,准确至 0.1 mg,放入 250 mL 烧瓶中,准确加入 100.0 mL 蒸馏水(体积记为 V_1)后,与球形冷凝管相连,放入电热套内。启动加热器,使样品回流煮沸 2 h,冷却至室温。同时做空白试验。

7.4.4 试样测定

7.4.4.1 用移液管移取 5.0 mL(体积记为 V_2)萃取液入 100 mL(体积记为 V_3)容量瓶中,加水至刻线,并摇匀。

7.4.4.2 用紫外/可见分光光度计,在最大吸收波长下,用 10 mm 的石英比色皿,测其吸光度,用蒸馏水作参比。

7.4.4.3 如果试样溶液中目标物的质量浓度超出标准工作曲线最高点质量浓度值,则应对试样溶液进行适当稀释后再测定。

7.5 结果计算

溶剂残留量按公式(4)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_3 \times n \times V_1}{V_2 \times m} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X ——溶剂残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中残留溶剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中残留溶剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_3 ——试样溶液稀释后的体积(见 7.4.4.1),单位为毫升(mL);

n ——试样溶液的稀释倍数,未稀释时 $n=1$;

V_1 ——加入的水(见 7.4.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——移取的试样溶液(见 7.4.4.1)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

以两次平行试验的算术平均值表示测定结果,数值修约至三位有效数字。

7.6 注意事项

分光光度法测试溶剂残留量时,有以下局限性:

- N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)和 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)紫外吸收光谱峰最大吸收波长很接近,如果溶剂中既有 N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)又有 N,N-二甲基甲酰胺(DMF),难以分辨;
- 当盲样未知溶剂种类时,难以判别残留溶剂种类;
- 纤维油剂会对测试结果产生干扰。

鉴于上述原因,仲裁时采用气相色谱-质谱法。

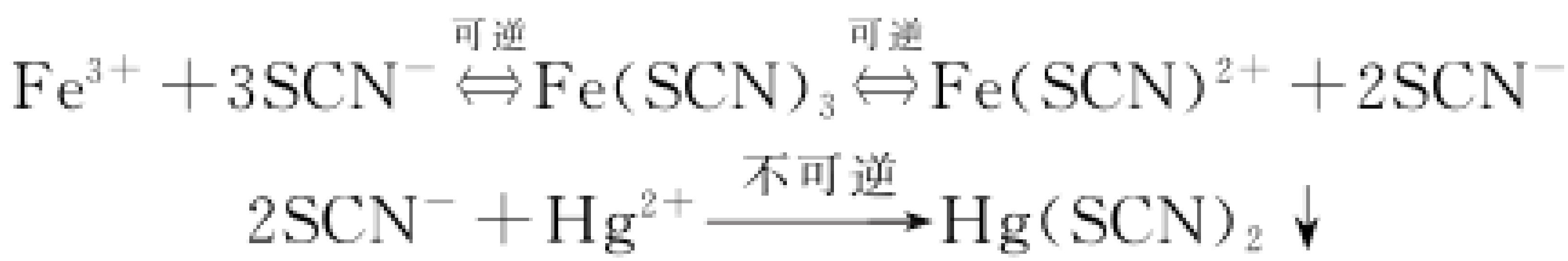
8 滴定法

8.1 络合滴定法

8.1.1 原理

硫氰酸根与三价铁反应,由于生成的硫氰酸铁离解出络合离子而显出红色,这是个可逆反应,而且

很容易达到平衡。当有汞离子存在时,打破上述平衡,生成难于离解的硫氰酸汞白色沉淀,继续滴定至汞离子完全夺取了硫氰酸铁中的硫氰酸根时,溶液变为无色。



8.1.2 试剂与材料

除非另有说明,仅使用分析纯或以上纯度的试剂。

- 8.1.2.1 浓硝酸。
- 8.1.2.2 水,GB/T 6682,三级。
- 8.1.2.3 硝酸溶液:2 mol/L。
- 8.1.2.4 溴酚蓝指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 溴酚蓝指示剂,用乙醇溶解并定容至 100 mL。
- 8.1.2.5 二苯偶氮碳酰肼指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 二苯偶氮碳酰肼指示剂用乙醇溶解并定容至 100 mL。
- 8.1.2.6 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05\text{ mol/L}$ 。

警示——硝酸汞溶液属于 6.1 类毒害品。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

- 8.1.2.7 铁铵矾指示剂(50 g/L),称取 5.0 g 硫酸铁铵($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$,分子量 482.2)溶于适量水中,加 10 mL 浓硝酸,稀释至 100 mL。

8.1.3 仪器与设备

- 8.1.3.1 恒温水浴锅:室温~100 ℃,温度波动度±0.5 ℃,温度均匀度±1 ℃。
- 8.1.3.2 小型真空泵:电功率 0.25 kW,转速 1 400 r/min。
- 8.1.3.3 电子天平:分度值 0.01 mg。
- 8.1.3.4 抽滤瓶:500 mL。
- 8.1.3.5 布氏漏斗:80 mm。
- 8.1.3.6 微量滴定管:5 mL。
- 8.1.3.7 三角烧瓶:250 mL、500 mL。
- 8.1.3.8 容量瓶:1 000 mL。
- 8.1.3.9 镊子:25 cm。

8.1.4 标准滴定溶液的配制及标定

8.1.4.1 硝酸汞标准滴定溶液配制

称取(8.56±0.01)g 硝酸汞[$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$]置于烧杯中,加 8 mL 硝酸溶液(8.1.2.3),加少量水,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

8.1.4.2 硝酸汞标准滴定溶液标定

称取已在 500 ℃~600 ℃下灼烧至恒量并置于干燥器的基准氯化钠试剂约 0.1 g,精确至 0.1 mg,置于 250 mL 三角烧瓶(8.1.3.7)中,加 40 mL 水,再加入 3 滴溴酚蓝指示剂溶液(8.1.2.4),逐滴加入硝酸溶液(8.1.2.3),使溶液由蓝色变为黄色,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂溶液(8.1.2.5),用待标定的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成紫色为终点,同时以水做空白试验。

8.1.4.3 硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度计算

硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度按公式(5)计算:

$$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = \frac{m_1}{M(V - V_0)} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ ——硝酸汞标准滴定溶液(8.1.2.6)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；

m_1 ——氯化钠基准试剂的质量,单位为克(g)；

V ——滴定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；

M ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.443$)。

8.1.5 试验步骤

称取纤维约 10 g,精确至 0.1 mg,放入 500 mL 三角烧瓶内,加水 200 mL,把纤维浸没在水中,在 100 ℃ 恒温水浴锅加热 30 min,取出三角烧瓶冷却至室温,用镊子取出试样,放在布氏漏斗中抽滤洗涤,滤液倒入原三角烧瓶中,再用 50 mL 水洗涤抽滤瓶三次,加 5 mL 铁铵矾指示剂,3 mL 硝酸,此时溶液呈橘红色,用硝酸汞标准溶液滴定至溶液无色。同时做空白试验。

8.1.6 结果计算

硫氰酸钠溶剂残留量按公式(6)计算：

$$X = \frac{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \times (V - V_0) \times M}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

X ——硫氰酸钠溶剂残留量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——硝酸汞标准滴定试样溶液的体积,单位为毫升(mL)；

V_0 ——硝酸汞标准滴定空白溶液的体积,单位为毫升(mL)；

M ——硫氰酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=81.08$)；

m ——试样质量,单位为克(g)。

以两次平行试验的算术平均值表示测定结果,数值修约至三位有效数字。

8.1.7 检出限、定量限

在上述的试样量和定容体积下,方法检出限为 20 mg/kg,定量限为 60 mg/kg。

8.2 酸碱滴定法

8.2.1 原理

以溴百里酚蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定,测得硫酸的质量分数。

8.2.2 试剂与材料

除非另有说明,仅使用分析纯或以上纯度的试剂。

8.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.01$ mol/L。

8.2.2.2 0.1%溴百里酚蓝指示剂。

8.2.2.3 水,GB/T 6682,三级。

8.2.3 仪器与设备

8.2.3.1 超声波清洗仪,功率 400 W,频率 40 kHz。

- 8.2.3.2 三角烧瓶:250 mL。
- 8.2.3.3 微量滴定管:2 mL。
- 8.2.3.4 移液管:25 mL。
- 8.2.3.5 电子天平:分度值 0.1 mg。
- 8.2.3.6 烧杯:100 mL。

8.2.4 试验步骤

称取约 3 g~4 g 试样,精确到 0.1 mg,将试样移入盛有 50.0 mL 水的 250 mL 三角烧瓶中,60 ℃ 超声萃取 30 min,冷却至室温后,准确吸取 25.0 mL 萃取液于烧杯中,加入 2 滴~3 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂(8.2.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(8.2.2.1)滴定至溶液呈蓝色为终点。同时做空白试验。

8.2.5 结果计算

浓硫酸溶剂残留量按公式(7)计算:

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times M}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- X ——溶剂浓硫酸残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- V ——滴定试样溶液时耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₀ ——滴定空白溶液时耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=98.08);
- m ——试样质量,单位为克(g)。

以两次平行试验的算术平均值表示测定结果,数值修约至三位有效数字。

8.2.6 检出限、定量限

在上述的试样量和定容体积下,方法检出限为 20 mg/kg,定量限为 60 mg/kg。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 试样信息:产品名称、规格、批号等;
- b) 采用的标准;
- c) 采用的试验方法;
- d) 主要试验参数;
- e) 残留溶剂名称、试验结果;
- f) 与基本步骤的差异;
- g) 观察到的异常现象;
- h) 试验日期及操作者。

附 录 A
(资料性)
7 种有机溶剂名称

7 种有机溶剂名称见表 A.1。

表 A.1 7 种有机溶剂名称

序号	中英文名称		化学文摘编号(CAS 号)
1	N,N-二甲基甲酰胺(DMF) (N,N-dimethylformamide)		68-12-2
2	N,N-二甲基乙酰胺(DMAC) (N,N-dimethylacetamide)		127-19-5
3	二甲基亚砜(DMSO) (Dimethyl sulfoxide)		67-68-5
4	N-甲基吡咯烷酮(NMP) (N-methylpyrrolidone)		872-50-4
5	十氢萘 (decahydronaphthalene)	反式十氢萘 Trans-Decahydronaphthalene	493-02-7
		顺式十氢萘 cis-Decahydronaphthalene	493-01-6
6	四氢萘 (tetrahydronaphthalene)		119-64-2
7	N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO) (N-methylmorpholine-N-oxide)		7529-22-8

附录 B

(规范性)

超高分子量聚乙烯纤维中十氢萘残留量的测定——顶空气相色谱法

B.1 概述

本附录描述了用顶空气相色谱法测定以十氢萘为溶剂的超高分子量聚乙烯纤维中十氢萘残留量的测试方法。

B.2 原理

试样置于密封的顶空进样瓶中,在一定的温度和时间平衡下,试样中的目标化合物挥发释放到气相中,气体部分导入气相色谱柱,此时目标化合物在气相中的色谱峰面积与它在试样中的质量浓度成正比,通过对气相中目标化合物的量的测定,可计算出试样中目标化合物的质量浓度。

B.3 试剂与材料

除非另有说明,仅使用分析纯或以上纯度的试剂。

B.3.1 十氢萘:分析纯。

B.3.2 乙醇:色谱纯。

B.3.3 十氢萘标准储备液:称取 1.0 g 十氢萘(精确至 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶内,用乙醇溶解并稀释至刻度,充分摇匀,配制成质量浓度为 10 mg/mL 的标准储备溶液。

B.4 仪器与设备

B.4.1 气相色谱仪,配有氢离子火焰检测器(FID)。

B.4.2 顶空进样器:温度范围为室温至 220 °C,控温精度±1 °C。

B.4.3 顶空进样瓶:20 mL,带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫。

B.4.4 电子天平:分度值 0.1 mg。

B.4.5 微量进样针:1 μL、5 μL。

B.4.6 容量瓶:100 mL。

B.5 顶空进样器条件

宜采用如下的顶空进样条件:

- a) 加热平衡温度:130 °C;定量环温度:140 °C;传输线温度:150 °C;
- b) 加热平衡时间:30 min;进样时间:0.5 min。

B.6 气相色谱测试参考条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的全部参数,采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 毛细管色谱柱:固定相 100%二甲基聚硅氧烷, 30 m×0.32 mm×0.25 μm,或相当者;
- b) 柱温:初温 60 °C 不保持,以 10 °C/min 升至 150 °C 保持 2 min,再以 60 °C/min 升至 250 °C 保持 15 min;
- c) 进样口温度:220 °C;
- d) 分流比:10:1;

- e) 检测器温度:250 ℃;
- f) 载气:高纯氮气;
- g) 流速: 1.0 mL/min。

B.7 试验步骤

B.7.1 标准工作溶液的制备

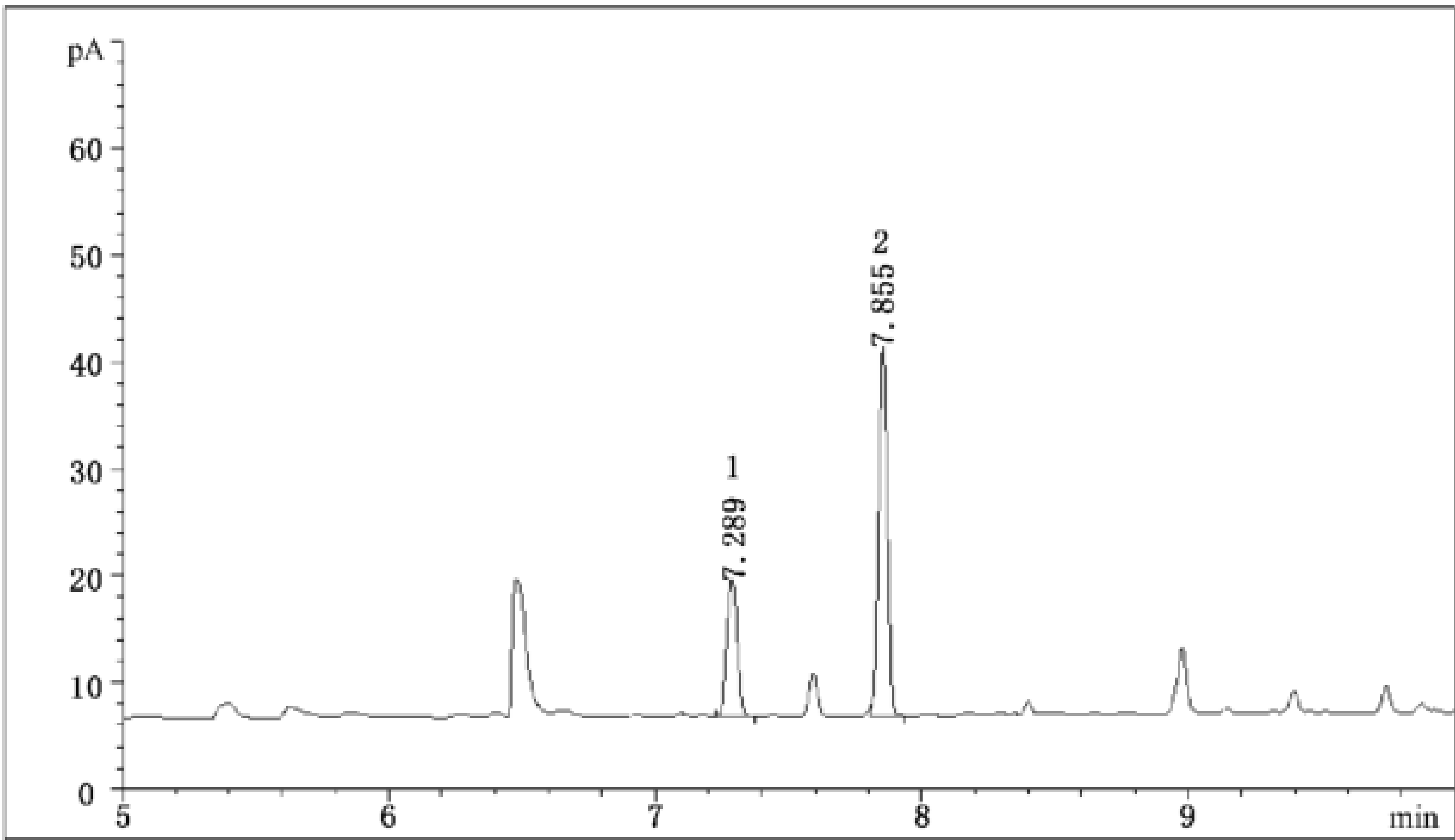
分别准确吸取十氢萘储备液(B.3.3)中溶液 0.2 μL、0.4 μL、0.8 μL 以及 1.0 μL、1.5 μL 快速注入 5 个顶空进样瓶中,迅速用带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫密封。该顶空进样瓶中分别含有 2 μg、4 μg、8 μg、10 μg、15 μg 的十氢萘。

B.7.2 标准工作曲线的绘制

依次将盛有标准工作溶液的顶空进样瓶放在顶空进样器的炉腔内,按 B.5、B.6 条件进行检测。以被测物的质量为横坐标,对应的色谱峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。色谱峰面积为顺式十氢萘和反式十氢萘的峰面积和。工作曲线的线性相关性应大于或等于 0.99 方可使用,否则应重新配制标准溶液。
在测试线性范围内,可以配制其他质量浓度范围的标准溶液。

B.7.3 残留溶剂测定

称取 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg,置于顶空进样瓶(B.4.3)中并用带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫密封。将盛有试样的顶空进样瓶放在顶空进样器的炉腔内,按 B.5、B.6 条件进行检测,得到试样中残留溶剂十氢萘的色谱峰面积。试样的典型顶空气相色谱图见图 B.1。



标引序号说明:
1——反式十氢萘;
2——顺式十氢萘。

图 B.1 超高分子量聚乙烯纤维典型顶空气相色谱图

B.8 结果计算

十氢萘残留量按公式(B.1)计算。

$$X_i = \frac{m_i}{m}$$

.....(B.1)

式中：

X_i ——试样中十氢萘的含量，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)；

m_i ——根据标准曲线计算得到的十氢萘的质量，单位为微克(μg)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

取两次重复测定结果的平均值表示其分析结果，数值修约至三位有效数字。

B.9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试，在 95% 的置信水平下，两次平行测试所得结果的绝对差值不大于这两个测试值的算术平均值的 15%。

附录 C

(规范性)

湿法纺丝超高分子量聚乙烯纤维中溶剂残留量的测定

C.1 原理

超高分子量聚乙烯纤维湿法纺丝以白油作为溶剂,白油成分复杂,无法色谱或者质谱定量分析,但白油可被溶剂萃取,根据萃取前后超高分子量聚乙烯纤维试样的质量,计算可得溶剂残留量。此原理同时基于超高分子量聚乙烯纤维纺丝中一般不添加油剂,即使添加含量也很低,可忽略。

C.2 试剂与材料

C.2.1 正己烷,分析纯。

注:如果正己烷不适用时,可由相关方商定相应的萃取剂。

C.2.2 中速定性滤纸。

C.3 仪器与设备

C.3.1 脂肪抽出器:冷凝管高度(h)240 mm,抽出筒直径(d)37 mm、长度(l)80 mm,蒸馏烧瓶150 mL。

C.3.2 烘箱:能保持温度 $(105\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 。

C.3.3 电子天平:分度值0.1 mg。

C.3.4 加热装置:可调封闭式电炉(最大功率1.5 kW),可调节温度,宜采用电热套。

C.3.5 称量容器。

C.3.6 不锈钢镊子。

C.3.7 干燥器。

C.4 试样制备

取2个试样,短纤维、长丝每份试样称取约5 g,记为 m_1 ,精确到0.1 mg;长丝合并绕一绞,保证每个卷装都被取到,均匀地剪取。

C.5 试验步骤

C.5.1 将试样用定性滤纸包成圆柱状,置于脂肪抽出器的抽出筒内(圆柱高度不超过虹吸管最高处),下接已知烘干质量的蒸馏烧瓶,在抽出筒中注入约1.5倍脂肪抽出器抽出筒容量的溶剂,装上冷凝管。

C.5.2 在加热装置上安装上述萃取装置,调节加热装置的温度,使萃取回流次数控制在每小时6次~8次,总回流时间不少于2 h。

C.5.3 用镊子从脂肪抽出器的抽出筒中取出试样,用镊子尽可能将试样中的溶剂挤出,取下蒸馏烧瓶,回收溶剂。

C.5.4 将萃取后的纤维连续重复 $(105\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 的温度下烘干、冷却、称量的操作,直至恒重(即前后二次称量差异不超过后一次称量的0.05%),以后一次称量质量作为最终质量,记录萃取后纤维的烘干质量 m_2 ,精确到0.1 mg。

C.6 结果计算

溶剂残留量按公式(C.1)计算:

$$Q = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 100\%$$

.....(C.1)

式中：

Q ——溶剂残留量；

m_1 ——萃取前纤维试样质量，单位为克(g)；

m_2 ——萃取后纤维烘干质量，单位为克(g)。

试验结果以两个试样的算术平均值表示，数值修约至三位有效数字。两次平行测试的相对差异大于 20%时，重新试验。

附 录 D
(资料性)

各品种纤维与溶剂及测试方法的对应关系

各品种纤维与溶剂及测试方法的对应关系见表 D.1。

表 D.1 各品种纤维与溶剂及测试方法的对应关系

序号	纤维品种	溶剂种类	测试方法
1	氨纶	DMF、DMAC	GC-MS、分光光度法
2	腈纶、聚丙烯腈基碳纤维原丝(有机溶剂)	DMF、DMAC、DMSO	GC-MS、分光光度法
3	腈纶、聚丙烯腈基碳纤维原丝(无机溶剂)	硫氰酸钠	络合滴定法
4	聚酰亚胺纤维	DMAC	GC-MS、分光光度法
5	间位芳纶	DMAC	GC-MS、分光光度法
6	低温水溶聚乙烯醇纤维	DMSO	GC-MS、分光光度法
7	超高分子量聚乙烯纤维	十氢萘、四氢萘	GC-MS、顶空气相色谱法
8	莱赛尔纤维	NMMO	LC-MS/MS
9	对位芳纶	NMP	GC-MS
10	对位芳纶	浓硫酸	酸碱滴定法
注 1：DMF、DMAC、DMSO 仲裁时采用 GC-MS 法。			
注 2：对位芳纶原料粉体中 NMP 测试也参照采用 GC-MS 法。			

附 录 E
(资料性)
GC-MS 检测参数条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的全部参数,采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 毛细管色谱柱:DB-WAX,长度 30 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm ,或相当者。
- b) 进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 进样方式:1:1 分流比。
- d) 色谱柱升温程序:50 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 120 $^{\circ}\text{C}$ (3 min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 20 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)。
- e) 质谱接口温度:230 $^{\circ}\text{C}$ 。
- f) 质谱扫描模式:选择特征离子监测(SIM)模式,检测离子见表 E.1。
- g) 进样量:1 μL 。
- h) 载气:高纯氦气($\geq 99.999\%$),流量为 1 mL/min。
- i) 离子化方式:EI。
- j) 离子化电压:70 eV。

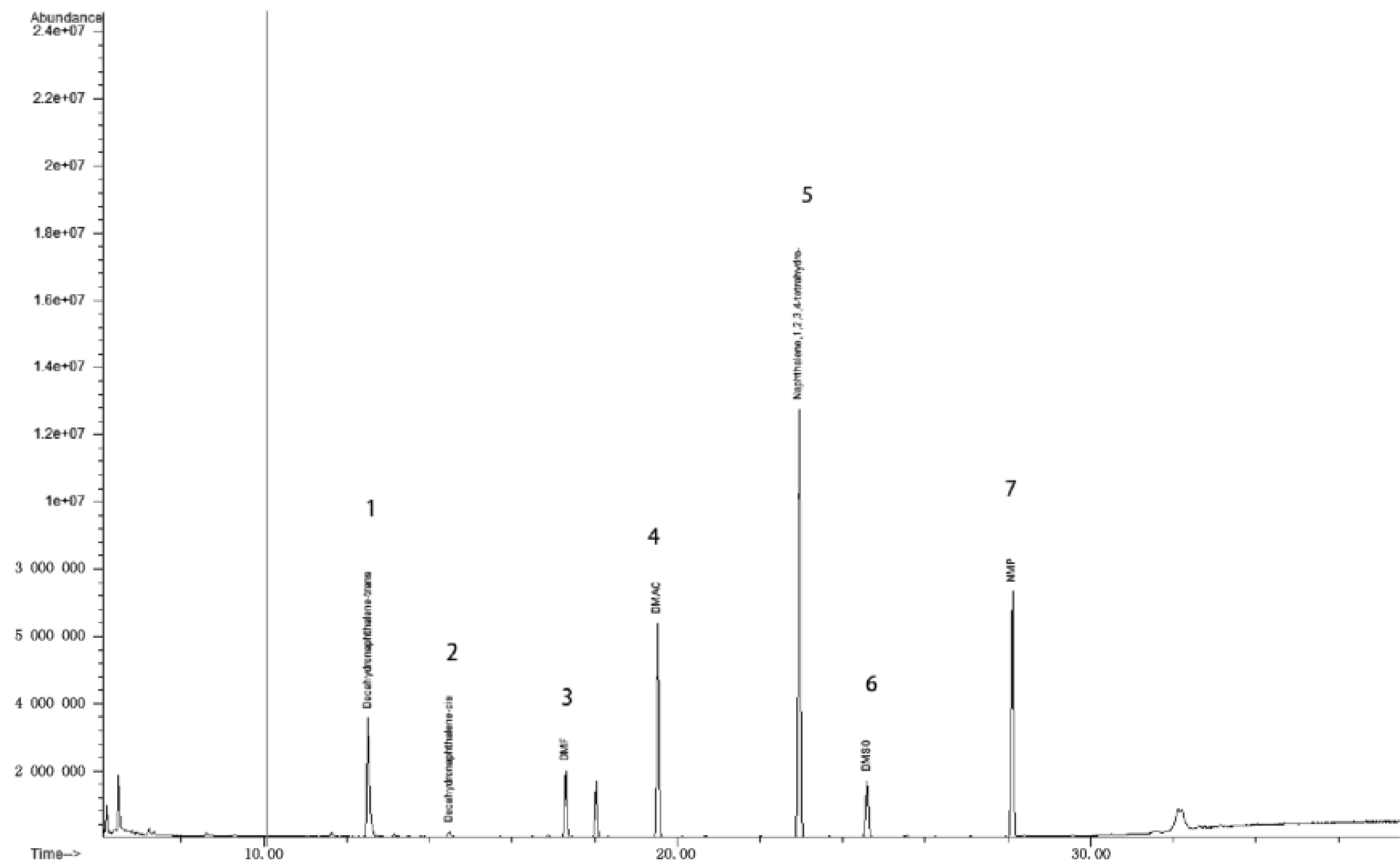
表 E.1 6 种有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析特征离子

序号	中英文名称		特征碎片离子(m/z)
1	N,N-二甲基甲酰胺(DMF) (N,N-dimethylformamide)		73
2	N,N-二甲基乙酰胺(DMAC) (N,N-dimethylacetamide)		87
3	二甲基亚砜(DMSO) (Dimethyl sulfoxide)		78
4	N-甲基吡咯烷酮(NMP) (N-methylpyrrolidone)		99
5	十氢萘 (decahydronaphthalene)	反式十氢萘 (trans-decahydronaphthalene)	138
		顺式十氢萘 (cis-decahydronaphthalene)	138
6	四氢萘 (tetrahydronaphthalene)		132

附 录 F
(资料性)

有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析离子色谱图

有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析离子色谱图见图 F.1。



- 标引序号说明：
- 1——十氢萘(反式)；
 - 2——十氢萘(顺式)；
 - 3——二甲基甲酰胺(DMF)；
 - 4——N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)；
 - 5——四氢萘；
 - 6——二甲基亚砷(DMSO)；
 - 7——N-甲基吡咯烷酮(NMP)。

图 F.1 有机溶剂标准物质的 GC-MS 分析离子色谱图

附 录 G
(资料性)
GC-MS 法精密度试验统计结果

G.1 试验说明

由 9 个实验室对 5 个不同化纤样品各进行 2 次重复测试,测试结果按照 GB/T 6379.2 进行数理统计,计算得到精密度结果,见表 G.1。

G.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的独立测试结果的绝对差值不大于表 G.1 列出的重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5%为前提。

表 G.1 精密度结果汇总表

试样	25 # 氨纶	25 # 氨纶	19 # 聚乙烯醇纤维	23 # 对位芳纶粉体	20 # 干法纺十氢萘
残留溶剂种类	DMF	DMAC	DMSO	NMP	十氢萘
总平均值(mg/kg)	121.96	328.34	629.46	9 197.00	16.04
重复性限(mg/kg)	22.23	58.49	24.67	258.39	2.09
重复性限占总平均值的比例/%	18.27	17.81	3.92	2.82	13.05

附 录 H

(资料性)

LC-MS/MS 检测参数示例

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普通参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

- a) 参考色谱条件,如下:
 - 1) 色谱柱:Zorbax Extend-C18,2.1×150 mm×5 μm,或相当者;
 - 2) 流速:0.3 mL/min;
 - 3) 柱温:30 ℃;
 - 4) 进样量:10.0 μL;
 - 5) 梯度,如表 H.1 所示;
 - 6) 后运行 5 min。
- b) 参考质谱条件,如下:
 - 1) 离子源:电喷雾离子源;
 - 2) 扫描极性:正离子扫描;
 - 3) 扫描方式:多反应监测(MRM);
 - 4) 雾化气、干燥气均为高纯氮气;
 - 5) 雾化气压力:0.276 MPa(40 psi);
 - 6) 干燥气流速:8 L/min;
 - 7) 干燥气温度:325 ℃;
 - 8) 毛细管电压:正模式 4 000 V。
 - 9) 监测离子对及电压等参数如表 H.2 所示。

表 H.1 梯度表

时间/min	A(乙腈)/%	B(含 0.1% 甲酸的水溶液)/%
0.00	5.0	95.0
5.00	50.0	50.0
5.10	90.0	10.0
10.00	90.0	10.0
10.10	5.0	95.0
15.00	5.0	95.0

表 H.2 监测离子对及多反应监测条件

待测物	保留时间/min	定性离子对和定量 离子对(m/z)	碎裂电压 (Fragmentor)/V	碰撞能量 (CE)/V	碰撞池加速电压 (CAV)/V
N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)	1.137	118/101.1 ^a	116	16	5
	1.136	118/71.2	116	20	5
N-亚硝基吗啉(NNM)	2.722	117.1/86.1	96	12	5
	2.721	117.1/45.2 ^a	96	16	5
N-甲基吗啉(NMM)	1.075	102.1/58.1 ^a	115	20	5
	1.073	102.1/45.1	115	20	5
吗啉(MOR)	1.070	88/70.2 ^a	50	16	5
	1.069	88/44.1	50	20	5
^a 为定量离子对。					

附 录 I
(资料性)

有机溶剂标准物质的 LC-MS/MS 分析气相色谱图

有机溶剂 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)标准物质的 LC-MS/MS 分析色谱图见 I.1。

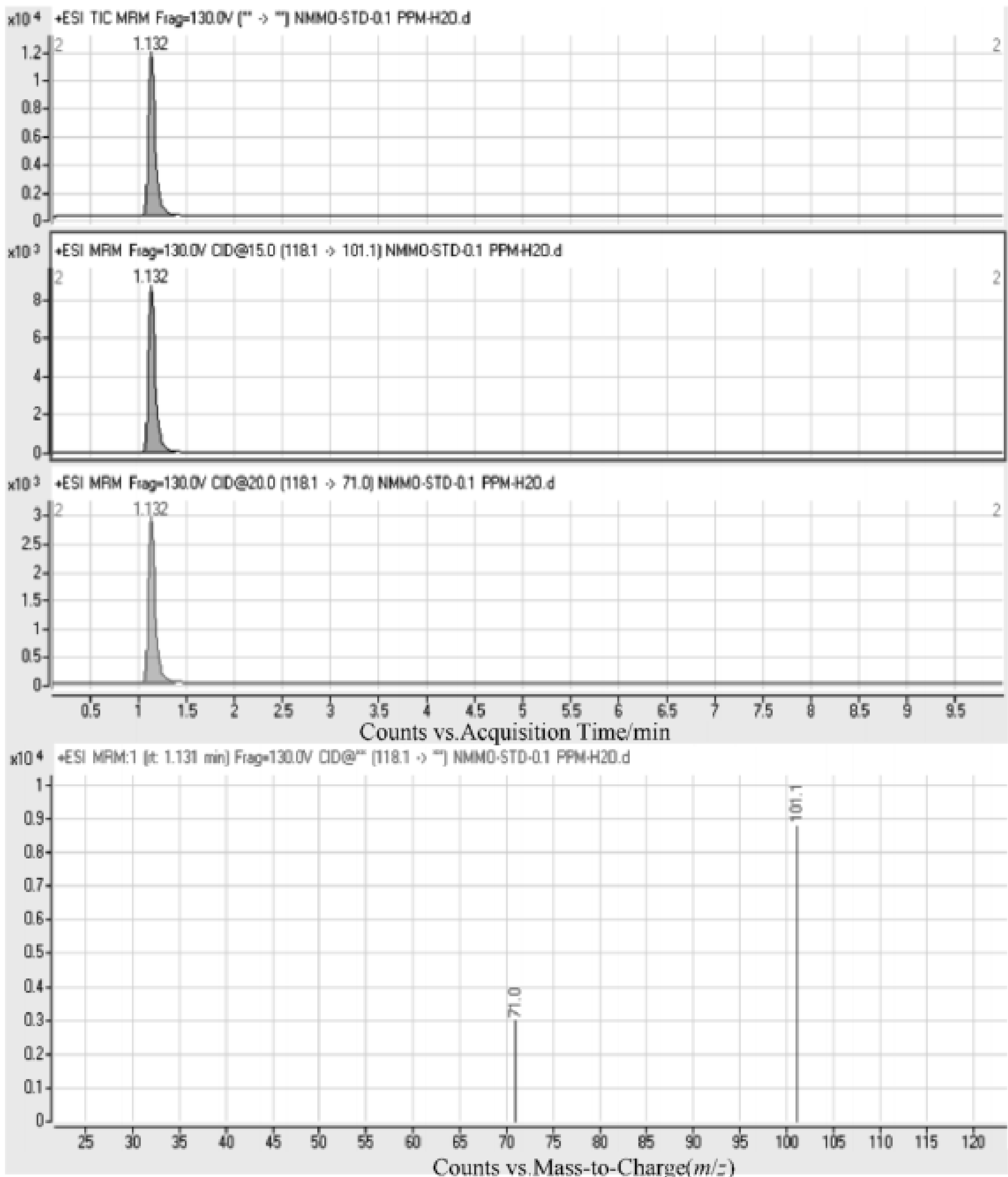


图 I.1 有机溶剂 N-甲基吗啉-N-氧化物(NMMO)标准物质的 LC-MS/MS 多反应监测模式(MRM)分析色谱图

有机溶剂 N-甲基吗啉(NMM)标准物质的 LC-MS/MS 分析色谱图见 I.2。

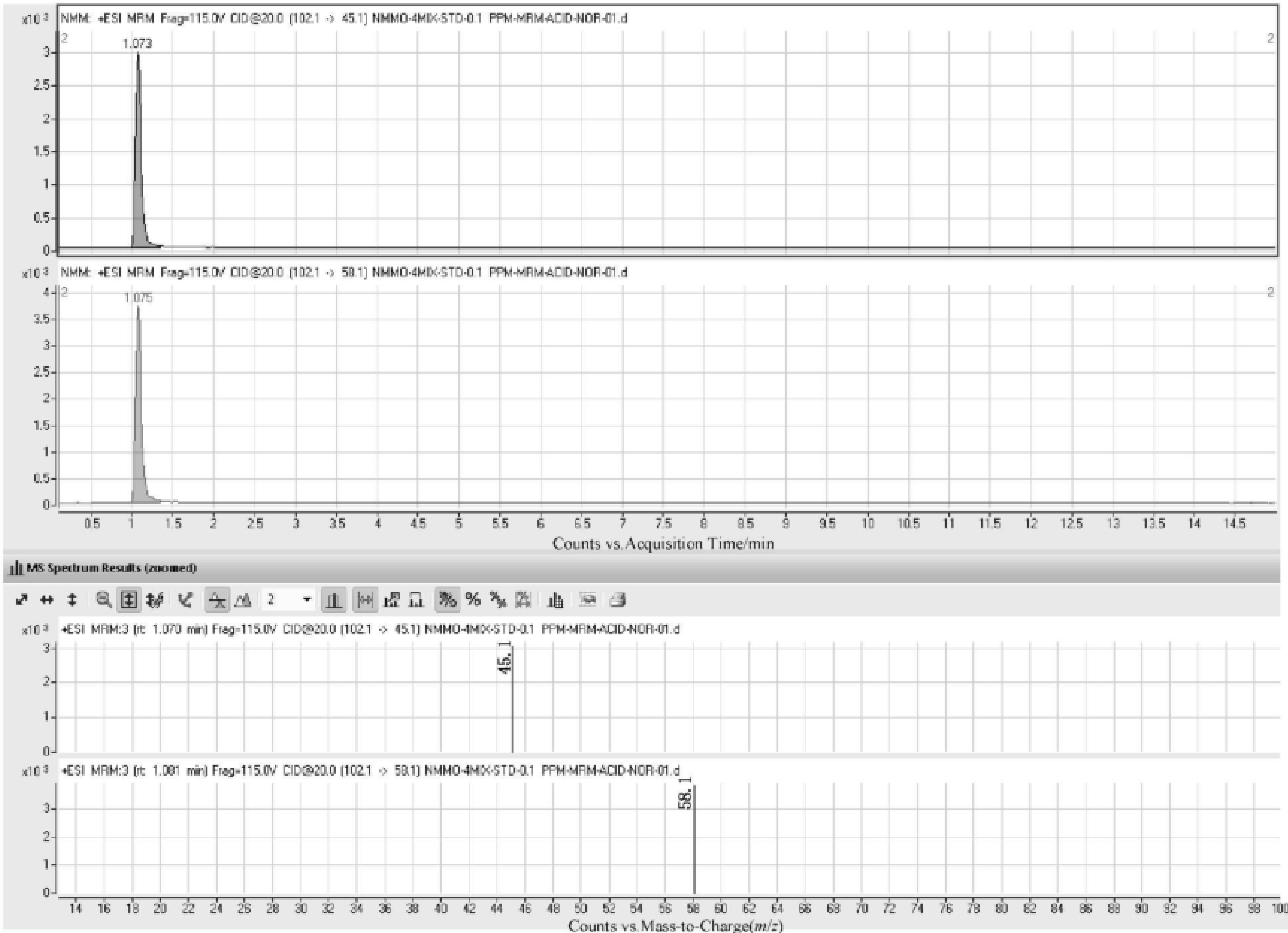


图 I.2 有机溶剂 N-甲基吗啉(NMM)标准物质的 LC-MS/MS 多反应监测模式(MRM)分析色谱图

有机溶剂 N-亚硝基吗啉(NNM)标准物质的 LC-MS/MS 分析色谱图见 I.3。

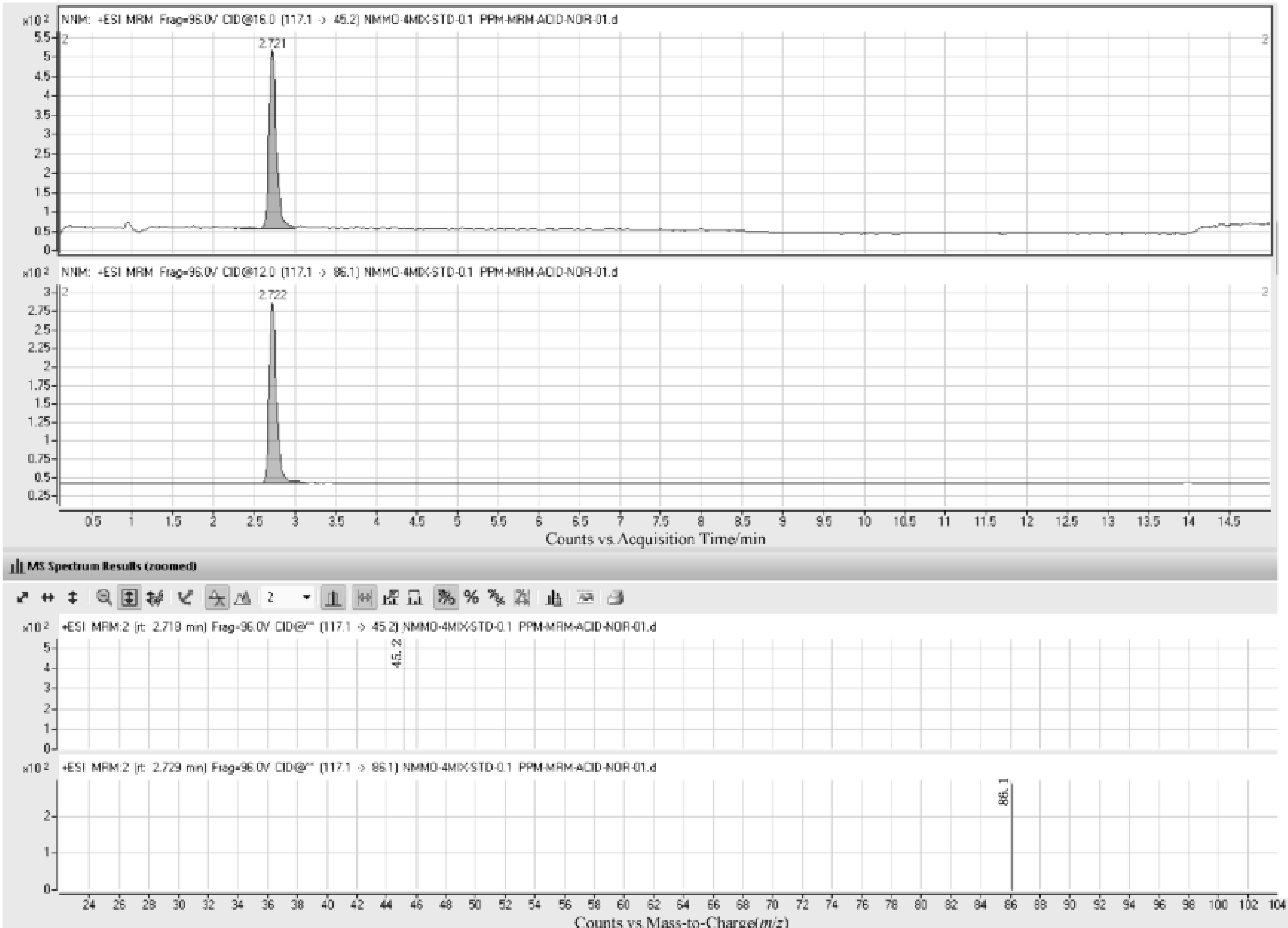


图 I.3 有机溶剂 N-亚硝基吗啉(NNM)标准物质的 LC-MS/MS 多反应监测模式(MRM)分析色谱图